Ministère de l'Education Nationale

CONSERVATOIRE NATIONAL DES ARTS ET METIERS

INSTITUT d'INFORMATIQUE d'ENTREPRISE

RAPPORT de STAGE

Nanoscopie résolue en temps : réalisation d'une interface pour un déplacement 3 axes nanométriques et acquisition de données

PANSIOT Julien

Stage de 1ère année

Directeurs de stage : M. BIGOT Jean-Yves - Directeur de recherche
M. GUIDONI Luca - Chargé de recherche

Stage effectué à l'IPCMS/GONLO - unité mixte de recherche
CNRS-ULP
du 10 Juin au 30 Août 2002.

Table des matières

1 Présentation succinte **4**

2 Lieu et conditions de travail **4**
2.1 Hiérarchie des services 4
2.2 Lieu de travail 5
2.3 Mode de travail 6
2.4 La sécurité 6
2.5 Remerciements 6

3 Environnement technique **6**
3.1 Environnement informatique 6
3.2 Qu'est-ce qu'un microscope confocal ? 7
3.3 Le microscope en cours de développement 8
3.4 Instruments en interaction avec l'informatique 9

4 Relations humaines **9**
4.1 Les personnes concernées 9
4.2 Les rapports humains dans un laboratoire du CNRS 10
4.3 Un informaticien parmis les physiciens 10

5 Ma mission **11**

6 Travail et résultats **12**
6.1 IGOR et l'interface graphique 12
6.1.1 Fonctionnalités d'IGOR Pro 12
6.1.2 L'interface graphique 13
6.2 La caméra CCD 14
6.2.1 L'échec d'un XOP TWAIN 15
6.2.2 Méthode de repli 16
6.3 Le scan 16
6.3.1 Le bus GPIB 16
6.3.2 La platine nanométrique et le lock-in 17
6.3.3 La méthode "arrêt sur point" 17
6.3.4 La méthode "déplacement constant" 19
6.3.5 Le sémaphore 21
6.4 Adaptation de ma méthode de travail 21
6.5 La collecte d'informations 21

7 Conclusion **22**
7.1 Les résultats 22
7.2 Les gains 22

8 Glossaire **23**

9 Annexes **26**
9.1 Codes sources . . . 26
9.1.1 primitives.ipf . . . 26
9.1.2 calibrage.ipf . . . 26
9.1.3 CCDaquire.ipf . . . 26
9.1.4 scan.ipf . . . 26
9.1.5 windows.ipf . . . 26
9.1.6 menu.ipf . . . 26
9.2 Scans de tests . . . 26
9.2.1 Plots magnétiques . . . 26
9.2.2 Bulle de colle . . . 26
9.2.3 Nanofil de nickel . . . 26
9.3 Photographie du microscope . . . 33
9.4 Mode d'emploi et de maintenance . . . 33

1 Présentation succinte

Lors de ce stage, je souhaitais confronter l'informatique à un autre domaine scientifique et j'ai naturellement choisi la physique par goût personnel.
Le but était d'interfacer un microscope de pointe en cours de réalisation dans un laboratoire du CNRS, par une équipe spécialisée dans les Lasers à impulsions courtes. L'objectif à terme du projet de recherche est d'allier une résolution temporelle dans le domaine de la femtoseconde (1fs=10^{-15}s) à la meilleure résolution spatiale que l'on peut obtenir avec un microscope optique. Cependant, l'aspect de la résolution en temps n'a pas été abordé pendant les phases de tests statiques auquels j'ai participé.
Il s'agissait de déplacer un échantillon à l'aide de platines de translation de précision nanométrique ($10^{-9}m$) sur les 3 axes de l'espace et d'acquérir les points de la future image agrandie. Toutes ces opérations devaient se faire à l'aide d'une interface unique.
Le développement de cette interface a été effectué en même temps que la construction physique du microscope.

2 Lieu et conditions de travail

2.1 Hiérarchie des services

Le CNRS (Centre National de la Recherche Scientifique) est un organisme public de recherche fondamentale. Il est subdivisé en 8 départements scientifiques :

- Physique nucléaire et corpusculaire et IN2P3
- **Sciences physiques et mathématiques**
- Sciences et technologies de l'information et de la communication
- Sciences pour l'ingénieur
- Sciences chimiques
- Sciences de l'univers et INSU
- Sciences de la vie
- Sciences de l'homme et de la société.

L'IPCMS (Institut de Physique et de Chimie des Matériaux de Strasbourg — UMR 7504 CNRS–ULP [1]) est rattaché au département "Sciences physiques et mathématiques". Il est composé de 5 groupes :

- GSI : Groupe des surfaces et interfaces
- GMO : groupe des matériaux organiques
- **GONLO : groupe d'optique non-linéaire et d'opto-électronique**
- GEMME groupe d'étude des matériaux métalliques

[1] Unité Mixte de Recherche CNRS–Université Louis Pasteur.

- GMI groupe des matériaux inorganiques

Une nouvelle fois le GONLO, au sein duquel j'ai travaillé, est subdivisé en services généraux (mécanique, électronique, chimie–élaboration) et équipes de recherche :

- Dynamique femtoseconde et spectroscopie des nanostructures de semi-conducteurs
- **Spectroscopie femtoseconde des métaux et polymères**
- Modélisation des processus optiques non-linéaires
- Impulsions laser intenses et propagation optique non-linéaire
- Matériaux organiques pour l'optique non-linéaire

Comme l'indique le nom de l'équipe, les Lasers à impulsions courtes (femtoseconde) sont la base de la majorité des manipulations, l'un des buts étant d'étudier des phénomènes ultra-rapides (par des méthodes non-linéaires d'interaction avec l'échantillon).
Composition de l'équipe (à mon arrivée) :

- Benabbas Abdelkrim – Doctorant
- Bigot Jean-Yves – Directeur de recherche
- Daunois Alain – Chargé de recherche
- Didier Pascal – Doctorant
- Gies Jean-Georges – Assistant
- Guidoni Luca – Chargé de recherche
- Halté Valérie – Maître de conférence

2.2 Lieu de travail

L'IPCMS est située sur le campus Cronenbourg à Strasbourg.

J'ai commencé par partager le bureau avec mon directeur de stage M. Guidoni les 10 premiers jours, lors des phases de prise en main du logiciel et des tout premiers tests de la platine nanométrique.

Puis, l'ampleur du matériel mis en oeuvre augmentant (microsocope optique de test, caméra CCD, etc...), je suis descendu avec tout ce matériel dans une salle de manipulations (chambre noire climatisée, tables anti-vibrations) afin de poursuivre le développement.

Enfin, après un second déménagement au bout de 5 semaines, j'ai terminé le logiciel dans une salle de manipulations fraîchement remise en état en vue de l'installation du microscope. C'est là que tous les composants ont été assemblés et les premiers essais grandeur nature réalisés.

2.3 Mode de travail

Je travaillais au minimum de 9h30 à 18h, avec une interruption d'1h30 à midi, soit environ 35h par semaine.

J'étais relativement autonome devant mon PC et surtout devant le matériel électronique haut de gamme mis à ma disposition (et dont le prix me dissuadait de faire des essais hasardeux). M. Guidoni est cependant resté avec moi les premiers jours afin de me présenter les différents matériels et logiciels ; par la suite je lui faisais très fréquemment état des dernières avancées et il était toujours à mon écoute en cas de problème ou de demande de conseils. Diverses personnes passaient de temps en temps voir l'avancement du projet et me suggérer des idées d'améliorations.
Une fois les grandes lignes tracées, j'ai pu développer à ma guise, pour autant que je gardais à l'esprit le but final de la manipulation.

2.4 La sécurité

J'ai suivi, dès mon arrivée, une formation sur la sécurité dans le laboratoire. Il y avait, en effet, 2 dangers principaux :

- **Les faisceaux Laser** Le laboratoire possède des Lasers de classe IV, c'est à dire très dangereux. Les consignes lors de l'utilisation sont : ne pas se baisser, ne pas porter de montre ou de bracelet qui pourraient réfléchir le faisceau vers les yeux. A pleine puissance, les faisceaux sont tellement intenses que même la main s'y brûle.
- **L'azote liquide** Il est employé en grande quantité pour refroidir les éléments de certaines manipulations. Il provoque de graves brûlures, ceci ajouté au risque pour la peau de rester collée aux tuyaux et donc d'être arrachée.

2.5 Remerciements

Sincères remerciements à tous les membres de l'équipe et plus particulièrement (par ordre alphabétique) à **Jean-Yves Bigot** pour son action financière, **Pascal Didier** pour ses lames de test originales, **Luca Guidoni** pour son accueil et sa présence constante ainsi que **Valérie Halté** pour sa bonne humeur et ses références LaTeX.

3 Environnement technique

3.1 Environnement informatique

Lors de mon stage, il m'a été confié un PC tournant sous **Windows 98** muni d'un accès internet. J'ai utilisé principalement **IGOR Pro** de WaveMetrics [2],

[2] http ://www.wavemetrics.com

un logiciel de traitement de données et d'interfaçage graphique pour Mac et Windows, mais aussi **Microsoft Visual C++** pour les essais sur la caméra.

3.2 Qu'est-ce qu'un microscope confocal ?

Il s'agit d'un outil d'agrandissement d'image qui pousse la résolution (possibilité d'observer des petits objets) à la limite imposée par la diffraction de la lumière.

Le principe est le suivant : un faisceau Laser [3] excite l'échantillon, qui renvoie de la lumière (par fluorescence ou par réflexion et/ou diffusion) récoltée par un objectif "standard" de microscope. L'objectif crée l'image du point de focalisation du Laser sur un pinhole (petit trou très fin), ce qui a pour effet de sélectionner de façon très précise la lumière émanant d'un point unique de l'échantillon. On peut alors déplacer cet échantillon suivant les 3 axes et enregistrer l'intensité lumineuse derrière le pinhole (FIG. 1).

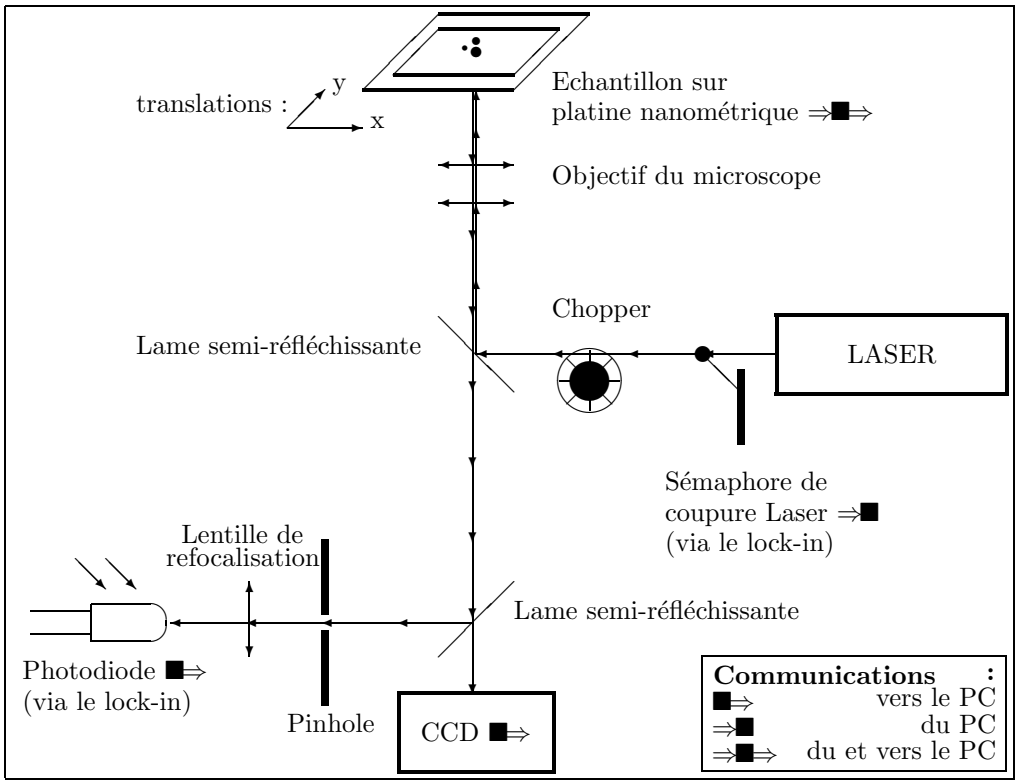

FIG. 1 – Principe de fonctionnement du microscope confocal – point de vue optique

[3] dans notre cas, c'est la raie 458nm d'un Laser à ions d'argon.

On observe donc un seul point à la fois : il s'agit d'effectuer des "scans", c'est à dire des parcours de zone avec des acquisitions point par point, afin d'obtenir une image en 2 ou 3 dimensions.

3.3 Le microscope en cours de développement

Dans le cas précis de ce microscope, c'est l'échantillon observé qui se déplace, et non l'objectif. La résolution étant très importante (de l'ordre de 300nm), le dipositif de déplacement est très sensible : c'est une "platine" à céramique piézo-électrique qui sera commandée via son controleur par le PC.

derrière le pinhole, la lumière est focalisée par une lentille sur une photo-diode en silicium qui convertit le signal lumineux en tension, grâce à un pré-amplificateur. Le signal de la diode est ensuite traité par le lock-in (Fig. 2).

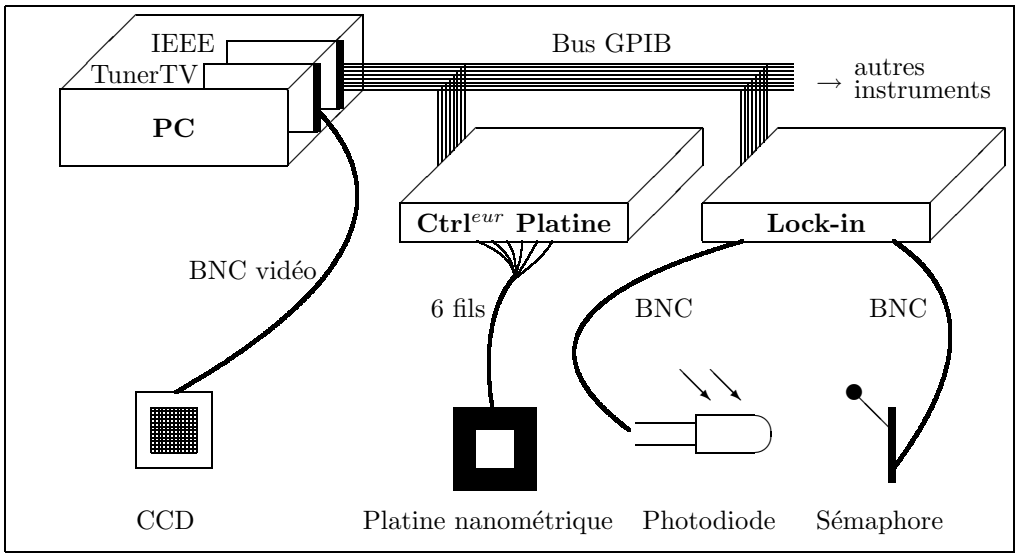

Fig. 2 – Mode de fonctionnement du microscope confocal – point de vue informatique

De plus, afin de supprimer autant que possible le bruit ambiant (néons, ...), on module préalablement le faisceau incident en créneau à l'aide d'un hacheur mécanique (ou chopper), ce qui permet au lock-in de "couper" les parasites qui ne sont pas modulés à la même fréquence et qui n'ont pas une relation de phase précise avec la référence du hacheur . L'inconvénient est que pour ce faire, le lock-in doit intégrer le signal sur quelques périodes de modulation, ce qui rallonge le temps nécessaire à l'acquisition d'un point (Fig. 2)

3.4 Instruments en interaction avec l'informatique

Je donne ici la liste du matériel électronique qui "réagit" avec l'informatique. Leurs fonctionnalités seront plus détaillées par la suite.

- Platine piézo-électrique à 2 axes nanométriques : Physik Instrumente P-731.8C
  Elle offre une précision théorique de 2nm [4] sur une course de translation de 80μm par axe.
- Controleur platine piézo : Physik Instrumente E-710.4CL
  Lié par bus GPIB à la carte du PC.
- Lock-in EG&G Instruments 7260 DSP
  Lié par bus GPIB à la carte du PC.
- Sémaphore de coupure Laser lié à la sortie DAC du lock-in
- Caméra CCD noir&blanc 384*288 pixels
- Carte GPIB IEEE-488 (ISA)
- Carte tuner TV (PCI)

4 Relations humaines

4.1 Les personnes concernées

J'ai eu la chance de travailler dans une équipe très dynamique ; ces personnes —citées précédemment— sont rappelées par une * dans la liste des personnes avec qui j'ai eu des contacts professionnels (par ordre alphabétique) :

Daniel Acker – Assistant ingénieur. A usiné les pièces du microscope, alors que je programmais : c'était mon pendant mécanique. J'allais fréquemment le voir pour constater les avancées.

***Jean-Yves Bigot** – Directeur de recherche - Responsable du Groupe / directeur de stage. A été mon interlocuteur pour une partie des formalités administratives. En temps que Responsable du Groupe (GONLO) et Chef d'équipe, il est périodiquement venu s'informer de l'avancement des travaux ainsi que des difficultés rencontrées.

***Pascal Didier** – Doctorant. Souhaitant étudier la fluorescence de certaines bactéries, il était tout naturellement intéressé par le microscope confocal en cours de développement. Il m'a donc suggéré quelques critiques et un certain nombre d'améliorations possibles dans le logiciel, afin d'en augmenter les capacités et l'ergonomie.

[4] La réalité est plus proche de 3nm.

***Luca Guidoni** – Chargé de recherche / directeur de stage. Il a été le commanditaire du logiciel, ma principale source d'informations sur le sujet, mais aussi contact administratif, etc... C'était donc mon contact privilégié.

Jeanine Joseph – Secrétaire.

Peter N. Saeta – Ph.D., Harvard University. Ayant déjà réalisé un travail semblable au mien, il m'a transmis un certain nombre de connaissances juste avant de retourner aux Etats-Unis.

Les autres membres de l'équipe/du groupe qui sont venus plus ou moins souvent suivre la progression du logiciel : *Benabbas Abdelkrim (Doctorant), Albrecht Michèle (Ingénieur d'études), Crégut Olivier (Ingénieur de recherche), *Halté Valérie (Maître de conférence), etc...

4.2 Les rapports humains dans un laboratoire du CNRS

Une grande partie des chercheurs est extrêmement impliquée dans son métier et est facilement enclin à partager les résultats de ses travaux. Le tutoiement est de rigeur (si toutefois on peut qualifier cela de rigueur). Un peu déconcertant au début, j'en ai tiré profit pour accélérer les contacts.

J'ai assisté à plusieurs réunions d'équipe et présenté mon travail de façon plus formelle à certains chercheurs.

4.3 Un informaticien parmis les physiciens

Si je devais donner un sous-titre à mon stage, ce serait celui-ci.

En effet, en plus de la découverte d'un nouveau logiciel et de nouvelles méthodes de programmation, je pense avoir gagné à ne pas travailler parmis des informaticiens. Je n'ai pas travaillé pour des gens du même environnement que moi et j'ai donc dû faire face à l'épineux problème des sciences qui se rencontrent. Cela n'a pas été facile au début, le vocabulaire technique des physiciens ne m'étant pas familier. Mais, après une bonne semaine de mise à niveau, les gains ont été énormes sur de nombreux points :

- J'ai pris une connaissance assez rapide des fondements de l'optique non-linéaire. D'où ouverture, par le biais de l'informatique, à un autre domaine de connaissance.
- Bien que le niveau informatique des personnes qui m'entouraient était élevé, j'ai appris à utiliser le vocabulaire adéquat pour être compris le plus rapidement possible.

- J'ai été obligé de faire le lien entre la physique et l'informatique dans mon code source : celui-ci étant succeptible d'être modifié par la suite, j'ai codé et commenté mes programmes de la façon la plus claire possible pour un physicien. Tous les noms de variable sont parlants, chaque fonction est détaillée, avec un soin particulier pour les appels aux appareils de commande et de mesure, où chaque opération est expliquée, et ce afin de pouvoir changer aisément une partie du microscope. De plus, les variables sont classées par appareil dans des répertoires.
- Ce n'est pas propre à la physique, mais j'ai découvert "l'esprit chercheur", bien différent de celui de l'ingénieur. Ce qui me donne une idée de ce que pourrait être un DEA en informatique.

Dans le même esprit, j'ai assisté à plusieurs séminaires de physique ayant attrait au microscope et j'ai pu visiter un laboratoire voisin où l'on était en train de développer un autre type de microscope.

De plus, une part non négligeable de mon stage a été la rédaction d'un guide d'utilisation de l'interface pour les physiciens souhaitant utiliser le microscope, mais contenant également des sections plus détaillées destinées à la maintenance du logiciel par la suite (en cas de changement d'une partie du matériel, par exemple). Ce guide se trouve en annexe.

5 Ma mission

Mon travail consistait à interfacer ce microscope composé d'instruments multiples. Il fallait donc donner une unité à un ensemble d'appareils divers, afin d'en faciliter l'utilisation. Dès le début, M. Guidoni m'a présenté un certain nombre de fonctionnalités nécessaires, à coder impérativement :

- centrage manuel préalable de l'échantillon avec l'image de la caméra CCD en direct
- cadrage de la zone à scanner sur une image acquise par la CCD
- scan d'une zone, avec les paramètres de pas de déplacement voulus
- zoom sur une zone d'un scan déjà effectué
- enregistrement et ouverture des acquisitions

Le microscope étant en cours de réalisation puis de test, il m'a aussi fallu répondre aux demandes légèrement changeantes en cours de route.

6 Travail et résultats

6.1 IGOR et l'interface graphique

6.1.1 Fonctionnalités d'IGOR Pro

L'un des gros gains de ce stage est la maîtrise du logiciel **IGOR Pro** de Wavemetrics. Il s'agit d'un logiciel de traitement de données et d'interfaçage graphique pour Mac et Windows.

Logiciel orienté programmation, disposant d'un éditeur de code, d'image, de fenêtre, etc, il permet de créer des codes compilés (exécutés par lui-même cependant) ainsi que des macros (non compilées) interprètées.

Le langage de programmation Il est notable que le même langage soit employé pour le code exécutable et pour les macros. Seules les commandes de création d'objets graphiques type fenêtre, ainsi que quelques commandes externes sont réservées aux macros. Je définierais ce language comme un intermédaire entre le C et le basic :

- aussi peu fonctionnel que le C
- principales structures de boucles
- très faiblement typé, les 3 seuls types sont : **"variable"** : un réel sur 32 bits, **"string"** : une chaîne de caractères et **"wave"** : un tableau de 1 à 4 dimensions contenant des réels, des string ou des caractères
- pas de pointeurs mais allocation plus ou moins dynamique de la mémoire par des opérations sur les tableaux
- beaucoup de fonctions sur les chaînes de caractères et sur les tableaux (modélisation, etc...)

A cela s'ajoutent les fonctions de gestion des fenêtres et des contrôles (boutons, champs de saisie, etc...).

Le mode background Une fonctionnalité intéressante d'IGOR est de pouvoir faire appel à une fonction (et une seule, malheureusement) comme fonction en tâche de fond (background). Ceci est plus qu'utile lors des acquisitions de données : la mise en tâche de fond de la commande de réception des données permet de laisser périodiquement des plages temps libres à la procédure de vérification des boutons enfoncés, et donc de pouvoir stopper une acquisition en cours.

Les XOPs (eXtern OPeration) Théoriquement, en mettant en place un fichier de ressources (qui définit les propriétés d'une ou plusieurs fonctions : arguments, valeur retournée, etc...) et en compilant de façon appropriée un code C quelconque —voir un autre langage : basic ou fortran par exemple— on doit pouvoir le faire exécuter par IGOR. De fait, les extensions d'IGOR sont sans

limites ! Malheureusement, la programmation Windows ajoute des contraintes et empêche certaines opérations (voir 6.2.1).

6.1.2 L'interface graphique

Etant donné les fonctions fournies par IGOR, il n'est techniquement pas très compliqué de réaliser une interface graphique qui fonctionne correctement. En revanche, il est plus subtil de rendre intuitive l'interface au yeux de l'utilisateur final du microscope, qui raisonne plus en terme d'instruments et de résultats que d'informatique et de méthodes.

Les éléments de l'interface De fait, j'ai centralisé les commandes principales dans une fenêtre à onglets (la console : Fig. 3), avec un onglet par étape d'acquistion d'une image, ceci dans le but de simplifier l'accès de l'interface aux nouveaux utilisateurs :

- **CCD** : centrage et acquisition de l'image
- **Scan** : position et pas de scan
- **Zoom** : position et pas, mode automatique
- **Fichier** : enregistrement, ouverture, à propos
- **Paramètres** : positionnement de la platine, vélocité, temps d'intégration...

Certains éléments sont indispensables en permanence, et donc hors onglets : message d'état, type de scan, variable en cours, boutons du sémaphore de coupure Laser et quitter.

A cela s'ajoutent une fenêtre pour l'image fournie par la caméra CCD et une autre pour l'image du scan en lui-même (Fig. 4).

L'ensemble est, lui aussi, relativement intuitif : la console fait office de "télécommande" pour les écrans.

Les ajouts personnels Comme on peut le voir sur les figures 3 et 4, j'ai ajouté un certain nombre de fonctionnalités à celles demandées "de base" :

- plutôt que de donner "à la main" des positions, des curseurs permettent de cadrer facilement la zone à scanner ou sur laquelle on souhaite zoomer.
- un mode de zoom automatique (désactivable) permet d'acquérir le même nombre de points lors du zoom que lors du scan pré-zoom, c'est à dire de conserver la résolution relative.
- des coupes horizontales et verticales (définies par les curseurs) du scan 2D sont visibles sur les côtés de l'image, afin de pouvoir se représenter ce qu'on peut plus ou moins qualifier de "troisième dimension", même si on parle de Volts et non de la translation de la platine de l'axe Z. De plus, j'ai ajouté une courbe de coupe qui intègre le signal entre les 2 curseurs dans le but d'éliminer les parasites.

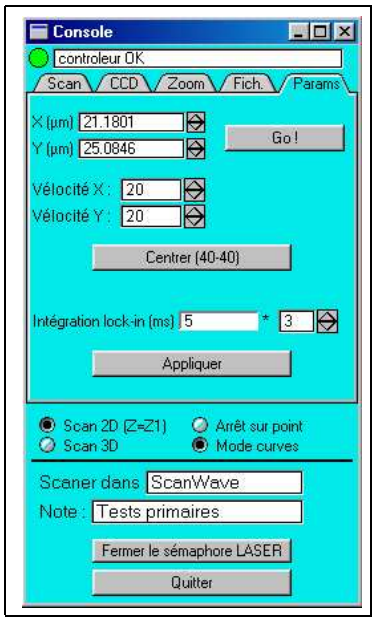

FIG. 3 – La console de commande

- un voyant tricolore accompagné d'un message permet de connaître, au premier coup d'oeil, l'état du microscope : en état de marche, un appareil débranché, en cours d'acquisition, etc...
- un bouton de controle du sémaphore Laser permet de couper le faisceau à tout moment (en cas d'accident, par exemple). J'ai fait d'une pierre deux coups en automatisant l'ouverture et la fermeture de ce sémaphore en début et fin de scan : pour encore plus de sécurité d'une part et pour chauffer au minimum l'échantillon d'autre part.
- une grosse barre dont la taille varie en direct avec la tension lue par le lock-in permet de faire la mise au point —en cherchant un signal fort— de façon beaucoup plus aisée qu'en regardant un chiffre augmenter ou diminuer sur le petit écran de cet instrument.

6.2 La caméra CCD

Afin de pouvoir centrer grossièrement le microscope avant de tenter une acquisition, une caméra CCD est insérée dans le microscope et liée à la carte Tuner TV du PC via du câble BNC. C'est une caméra très basique : noir & blanc et seulement 384*288 pixels. Ceci est cependant largement suffisant pour régler le microscope. En plus de cette image en direct, il est utile de pouvoir acquérir une image fixe dans le but de choisir finement la zone à scanner.

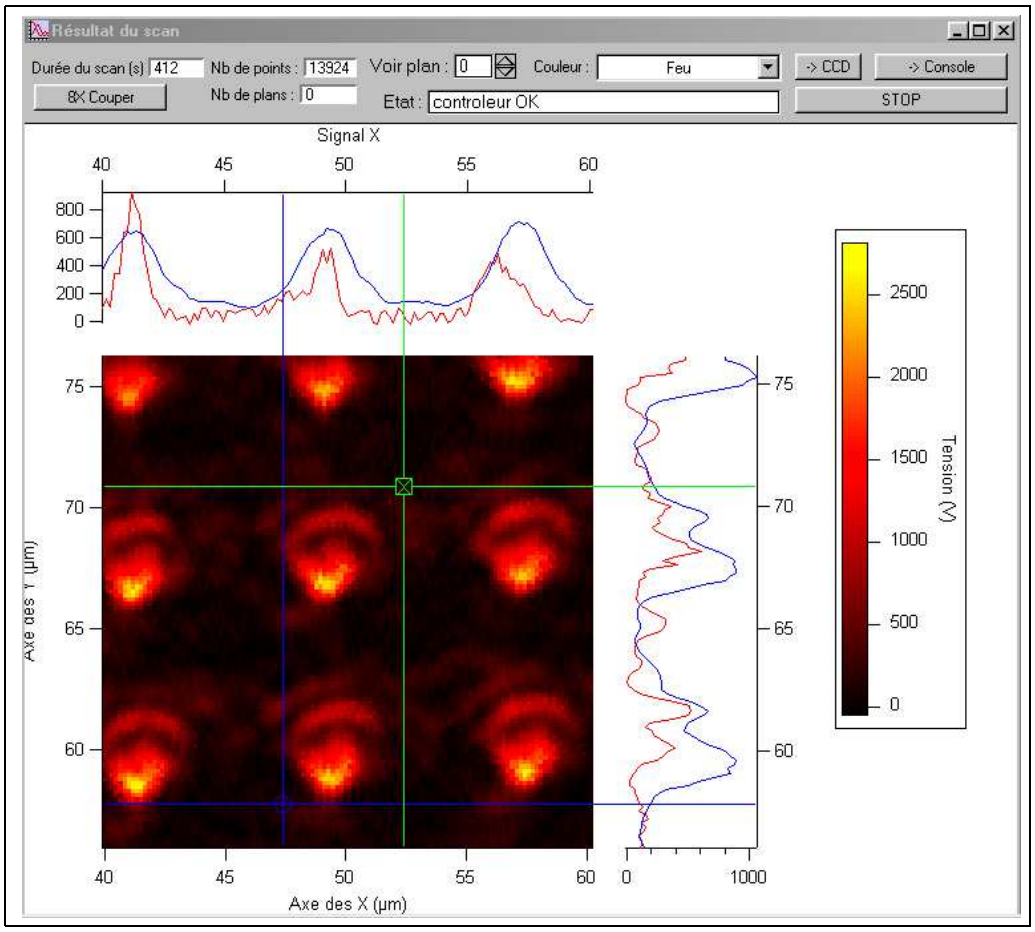

FIG. 4 – La fenêtre de scan

6.2.1 L'échec d'un XOP TWAIN

J'ai étudié, principalement grâce au site de Microsoft **msdn.microsoft.com** les fonctionnalités offertes par les librairies Direct Show, utilisant TWAIN. Ce qui m'a permis de mettre en place un programme visualisant l'image produite par la caméra.

Pendant une dizaine de jours, j'ai modifié mon programme de toutes les façons possibles afin d'en faire un XOP, et donc permettre la capture d'images de centrage au sein de l'interface développée sous IGOR. (FIG. 5)

N'y parvenant malheureusement pas, je me suis résolu à envoyer un courriel à Wavemetrics, le développeur d'IGOR, qui m'a rapidement répondu que ce que j'essayais de faire était quasiment vain : eux-même avaient déjà essayé, sans plus

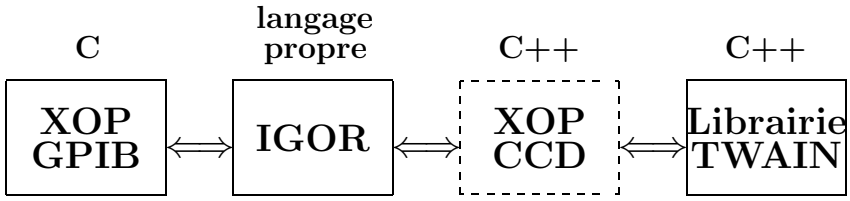

FIG. 5 – Fonctionnement théorique d'un XOP TWAIN

de succès. Ceci est dû à l'utilisation (abusive) des références aux identificateurs de fenêtres sous Windows. En effet, on ne peut utiliser TWAIN sans l'identificateur de la fenêtre principale (WinMain()), qui dans mon cas n'existe pas puisque je souhaitais utiliser la caméra dans une fonction. Le "WinMain()" est alors celui d'IGOR et n'est pas préparé à recevoir directement un flux d'image.

6.2.2 Méthode de repli

La caméra CCD, non fondamentale dans le microscope, ne peut donc être directement interfacée dans IGOR. De fait, je me contente de faire exécuter un logiciel d'acquisition par une commande d'IGOR, l'utilisateur peut alors centrer son microscope en direct sur le PC. Puis, s'il le désire, il peut acquérir une image fixe —à l'aide dudit logiciel— et la récupérer en redonnant la main à IGOR (ce qui est un peu fastidieux) afin de placer ses curseurs de cadrage du scan.

6.3 Le scan

Il s'agit d'obtenir une image à partir d'un ensemble de points sur une surface rectangulaire. Ils sont définis par les coordonnées du rectangle et la distance entre les points en X et en Y. J'ai donc dû déterminer les meilleures méthodes de parcours de l'échantillon pour acquérir le maximum de points en un minimum de temps. Il en résulte deux méthodes divergentes : le scan avec arrêt sur chaque point et celui avec acquisition pendant le déplacement. Chacune des deux peut être effectuée avec acquisition ou non lors du retour.
C'est ici que j'ai acquis l'autre grande connaissance technique : la communication avec les appareils de mesure et de commande (platine nanométrique et lock-in) via le bus GPIB. Ces méthodes n'ont été abordées que de très loin à l'IIE, via les cours d'introduction à la programmation réseau.

6.3.1 Le bus GPIB

Initiales de General Purpose Interface Bus, c'est le standard IEEE-488 qui décrit l'interface de communication entre les instruments et controleurs des différents constructeurs sur les plans électrique, mécanique et fonctionnel.

Techniquement, c'est une interface de communication parallèle 8 bits assurant un taux de transfert supérieur au mégaoctet/seconde. Ce bus est géré par un contrôleur système (dans notre cas, c'est la carte ISA du PC) et 14 instruments peuvent être branchés.

Le bus GPIB peut être géré par deux modes : chaîne de caractères ou bas-niveau. Dans les deux cas, des fonctions de base ont été implémentées en C par National Instrument, puis portées sous IGOR.
Le mode chaîne de caratères permet des transmissions fiables et lisibles. La fin de transmission étant la fin de la chaîne de caractères. L'utilisation de cette méthode est appropriée pour l'envoi de commandes ou la réception de données de faible ampleur, étant donné l'alourdissement de la connexion (tests de fin de chaîne et nombres en clair).
De plus, les commandes évoluées de lecture et d'écriture ré-initialisent constamment le bus, ce qui fait perdre beaucoup de temps dans le cas d'utilisation entrelacée de 2 instruments. D'où l'utilisation de commandes de bas niveau pour certains modes. (mode **curve** du lock-in, voir plus loin).

En ce qui concerne le mode chaîne de caractères, j'ai mis en place des primitives d'accès au bus : initialisation, écriture, lecture...

6.3.2 La platine nanométrique et le lock-in

La platine Il s'agit d'un "plateau" de translation sur 2 axes (X & Y) de résolution nanométrique (10^{-9}m). On communique avec cette platine via son contrôleur en mode chaîne de caractères. Les commandes utilisées sont assez parlantes, mais j'ai associé à chacune d'entre elle une sur-fonction évoluée qui vérifie les erreurs et en renvoie le code éventuel de façon à pouvoir coder proprement les procédures de plus haut niveau.

Le lock-in C'est un appareil de mesure synchrone très précis. Son mode d'utilisation, dans le contexte du microscope, est le suivant : on commence par moduler le faisceau Laser d'entrée en créneaux (à l'aide du hacheur mécanique ou "chopper") ; ce faisceau excite le volume de détection sur l'échantillon et la lumière émise ou diffusée est mesurée et numérisé par le lock-in via la photodiode. Le lock-in connaît la fonction de modulation en créneau (il est lié au contrôleur du chopper) et se vérouille en phase sur cette fréquence de modulation (d'où son nom). En intégrant le signal sur quelques périodes il peut supprimer une grande partie du bruit qui n'a ni la même fréquence ni de relation de phase avec le signal de modulation.

6.3.3 La méthode "arrêt sur point"

C'est la méthode de base : on ordonne le positionnement de la platine sur le point cible, puis on attend éventuellement le temps du déplacement et enfin on

acquiert la valeur de la tension aux bornes du lock-in. La vitesse de la platine nanométrique étant limitée, il faut rechercher le trajet de longeur minimale passant par tous les points. La solution retenue est présentée ci-dessous (FIG. 6).

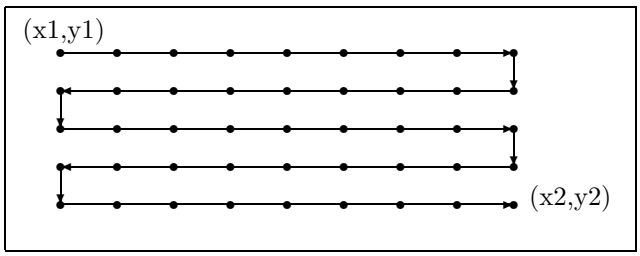

FIG. 6 – Scan par allers-retours

J'ai mis en place une fonction scannant une seule ligne en Y puis se déplaçant d'un pas en X (parcours d'un "L"). En la répétant dans des sens alternés (haut-droite, bas-gauche, ...), on effectue le parcours souhaité.
Pour ce faire, j'ai principalement adressé en mode chaîne de caractères ces commandes à la platine :

- **MA** Move Absolute
- **MR** Move Relative
- **GO** Go Home *revenir à la position (0,0)*
- **TP** Tell Position
- **WA** Wait
- **GI** Get Information
- **HE** Help

Ainsi on lui envoie via la commande d'écriture sur le bus **IEwrite()** :

```
1MA41.2\n
```

pour "**M**ove **A**bsolute axe **1** to position **41.2** nm".

De même, les commandes du lock-in se transmettent en mode chaîne de caractères. Les plus utilisées en mode point par point :

- **ID** Identification
- **TC** Time Constant *la constante de temps pour l'intégration du signal*
- **X** X outpout *la tension lue sur la voie X*
- **Y** Y outpout *la tension lue sur la voie Y*

Pour la platine comme pour le lock-in, il est possible d'envoyer plusieurs commandes dans la même chaîne de caractères, séparées par **;**.

Avantages de la méthode :

- facilité de mise en oeuvre
- fiabilité : on est sûr de la position où est effectuée l'acquisition d'un point
- le parcours se fait sans retour en début de ligne, coûteux en temps
- la fonction de scan d'un "L" étant assez rapidement exécutée, j'ai pu l'utiliser en mode background, de manière à ce que la main soit reprise à chaque ligne pour vérification d'un éventuel arrêt par l'utilisateur
- on peut rafraîchir l'image à chaque ligne et donc observer le scan en direct

Inconvénients :

- adresser de façon alternée des commandes au lock-in et à la platine (via le bus GPIB) fait perdre énormément de temps (de l'ordre d'une seconde pour 100 points)
- le scan est nécessairement rectangulaire, ce qui peut obliger à scanner des zones sans intérêt.

6.3.4 La méthode "déplacement constant"

Un scan de qualité correcte peut prendre jusqu'à 10 minutes (près de 7 minutes par exemple pour celui de la figure 4. Si ce n'est pas trop gênant pour des objets minéraux ou métalliques (et même eux peuvent fondre sous le Laser), les échantillons biologiques et organiques en revanche ne supportent pas les longues expositions. Le confort d'une acquisition rapide pour les chercheurs est aussi appréciable. Dans le but de gagner du temps, il était nécessaire de supprimer les alternances de communications vers le lock-in et vers la platine : le changement d'objet vers lequel on communique via le bus GPIB est coûteux en temps.

Pour ce faire, j'ai employé une fonctionnalité du lock-in : le mode **Curves** qui permet d'acquérir jusqu'à 32K points à un intervalle de temps constant avant de les envoyer d'un coup au PC. Il "suffit" alors de déplacer la platine de façon lente mais régulière, à une vitesse calculée de manière à ce que les points acquis soient espacés de la distance souhaitée (FIG. 7) selon la formule :
$v = (\Delta X)/((Nbpoints - 1)(Tempsd'integration))$

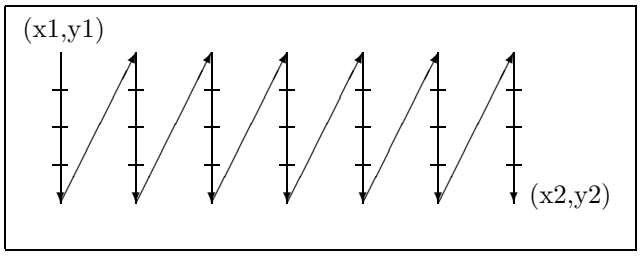

FIG. 7 – Scan en déplacement

Il est, en effet, possible de changer la vitesse de déplacement, donc le pas. Quelques commandes supplémentaires sont donc utiles à la platine :

- **TV** Tell Velocity *la vélocité est une constante proportionnelle à la vitesse*
- **SV** Set Velocity
- **RP** Repeat *permet de faire des boucles très basiques, non imbriquées, une seule à la fois et pas plus de 256 itérations*

Et un grand nombre pour le lock-in :

- **CBD** Curve Buffer Define *type de mesure à effectuer (X, Y, phase...)*
- **DC** Dump Curve *envoie toutes les données d'un coup*
- **GP** GPIB Parameters
- **HC** Halt Curve
- **LEN** Length *la taille du buffer d'acquisition*
- **M** *renvoie l'état des acquisitions en cours*
- **NC** New Curve
- **ST** Status Byte
- **STR** Storage Interval *définition du temps entre chaque point*
- **TD** Take Data *pour commencer l'acquisition*

Contrairement à d'autres appareils, le lock-in employé ne permet malheureusement pas d'envoyer des blocs de données binaires, ce qui permettrait une accélération substantielle de la vitesse de transfert. Il envoie toutes les données à la suite en mode chaînes de caractères, ce qui permet tout de même de les lire de façon continue. J'ai donc utilisé des commandes de bas niveau qui, à l'inverse de celles de haut niveau, nécessitent l'adressage des instruments à utiliser. J'ai procédé de la sorte : demande de transfert des données en haut niveau, définition de l'émetteur et du recepteur une fois pour toute, puis réception des données en continu et ce afin de ne pas ré-initialiser le bus à chaque valeur lue.

Avantages de la méthode :

- rapidité : en théorie, on peut scanner assez vite sans perte de temps due aux commandes GPIB
- on peut rafraîchir l'image à chaque ligne, et donc observer le scan en direct

Inconvénients :

- il n'est pas possible de synchroniser parfaitement le départ du mouvement de la platine et l'acquisition du lock-in. Un léger décalage relatif constant est donc présent, mais son amplitude est très faible et sans gravité. En revanche, des opérations impromptues de Windows pourraient ajouter des décalages non constants et donc plus gênants car déplaçant les lignes de façon non uniforme.

- Les points acquis sont intégrés sur la longueur d'un pas de déplacement. De fait, le pouvoir séparateur est légèrement réduit.
- le scan est nécessairement rectangulaire, ce qui peut obliger à scanner des zones sans intérêt.

6.3.5 Le sémaphore

Permettant de couper à distance le faisceau Laser, il est contrôlé par le lock-in grâce à une sortie analogique disponible. Une simple commande en mode chaîne de caractères envoyée au lock-in (**DAC** 1 *tension*) permet de le mouvoir dans un sens ou dans l'autre.

6.4 Adaptation de ma méthode de travail

A mon arrivée, le microscope n'existait que dans la tête d'un chercheur (Luca Guidoni) : pas de plans, pas de cahier des charges. Seuls étaient disponibles des fragments du futur instrument : la platine nanométrique et son contrôleur, le lock-in.

Tout au long du stage, M. Guidoni, M. Acker, M. Didier et moi-même avons imaginé et construit le microscope. De fait, il a changé de forme plusieurs fois et n'a probablement pas encore atteint son état final.

Ceci explique ma méthode de travail : j'ai dû constamment faire évoluer le code en fonction des ajouts, des modifications techniques et des demandes présentes d'une part, mais aussi anticiper le futur en produisant un code ouvert au maximum afin de pouvoir le rattacher le plus simplement possible aux nouvelles contraintes qui apparaîtraient par la suite d'autre part.

A mon départ, la platine de translation verticale n'était pas encore montée sur le microscope. De fait, je n'ai pas pu tester les scans en 3D. Cependant, tout est prêt pour cela : le mode scan 3D (paramètrage, commandes) et l'affichage des images 3D (j'ai opté pour un mode plan par plan) ; seule la primitive d'accès à la platine manquante n'est pas réalisée. Le prototype existe cependant : il suffira de compléter ces quelques lignes bien localisées pour que l'ensemble fonctionne.

6.5 La collecte d'informations

Lors de ce développement, j'ai fréquemment eu besoin d'informations techniques fiables. Ce fut à très forte raison le cas au début et M. Guidoni s'est proposé de m'aider. Puis je suis allé me renseigner chez M. Saeta, qui avait déjà développé une interface dans l'environnement IGOR Pro, qui m'a appris un certain nombre d'astuces. Dans le même temps, j'ai utilisé la documentation technique fournie par les constructeurs du matériel et les développeurs de

standards [5] mise à ma disposition. De plus, plusieurs appels téléphoniques chez Physik Instrument [6] ont été nécessaires afin d'éclaircir certains points.

Plus tard, j'ai passé énormément de temps sur internet afin de me renseigner sur le standard TWAIN pour interfacer la caméra CCD. J'ai donc utilisé le site Microsoft MSDN (**msdn.microsoft.com**), celui de TWAIN (**twain.org**), ainsi que de nombreux sites de développement : sourceforge.net, codeproject.com, programmersheaven.com, etc...

7 Conclusion

7.1 Les résultats

J'ai mis en place une interface de gestion du microscope en état de fonctionnement. J'ai implémenté toutes les fonctionnalités demandées à l'origine (interface unique permettant : centrage manuel préalable de l'échantillon avec l'image de la caméra CCD en direct, cadrage de la zone à scanner sur une image acquise par la CCD, scan d'une zone avec les paramètres de pas de déplacement voulus, zoom sur une zone d'un scan déjà effectué, enregistrement et ouverture des acquisitions), puis une grande partie de celles qui m'ont étés proposées par la suite : coupes latérales, barre de calibrage du lock-in, voyant tricolore, mode **curves** pour optimiser le bus GPIB...

Je n'ai cependant pas pu intégrer l'image de la caméra CCD en direct, et j'ai donc dû faire appel à un autre logiciel, ce qui rend un tantinet fastidieuse la récupération d'une simple image fixe de la caméra.

La figure 4 présente un des premiers résultats de grande résolution : il s'agit d'une matrice de plots magnétiques de 2μm de diamètre chacun, distants de 7μm les uns des autres. La résolution maximale a été atteinte sur les plots et sur la bulle : on distingue des formes d'une taille de 100nm, la limitation optique étant de l'ordre de $\lambda/2 \simeq 229nm$ [7]. Voir aussi les tests en annexe.

7.2 Les gains

Les gains de ce stage ont été très importants, tant sur le plan humain que technique.

[5] En particulier :

- **Physik Instrument : Operating Manual PZ80E** pour la platine
- **CEC 488 Programming & manual reference** pour la programmation GPIB
- **IGOR XOP Toolkit** pour la programmation des XOPs
- **EG&G Instruments Model 7260DSP Lock-in Amplifier Instruction Manual** pour le lock-in

[6] le constructeur de la platine nanométrique.

[7] λ est la longueur d'onde du faiseau

En effet, le travail en équipe bien que déjà abordé dans un groupe de 7 personnes au cours du projet IPI (Projet Informatique), ne se gère pas du tout de la même façon dans un laboratoire, étant donné la hiérarchisation des acteurs et leurs compétences variées. L'école m'a donné des méthodes techniques pour travailler à plusieurs, ce stage m'a suggéré des méthodes humaines. J'ai dû me plier aux impératifs mécaniques (les éléments du microscope non encore usinés) dépendant d'autrui, informatiques (système d'exploitation, logiciel) et surtout aux avis du personnel. J'ai appris à écouter les besoins (la finalité du logiciel ne me concernant pas) émanant de spécialistes d'un autre domaine. Plus encore, il m'a fallu interpréter ces besoins en terme d'informatique. Et de fait, je ne vois plus l'informatique de la même façon, retournée vers elle-même, mais ouverte aux autres sciences.

La formation de base de l'IIE dans de nombreux langages m'a permis de maîtriser assez vite le nouveau logiciel mis à ma disposition. Plus qu'un nouveau langage de programmation, j'ai appris de nouvelles méthodes, comme la programmation graphique (contrôles, etc...), mais aussi la programmation en relation avec des instruments autres qu'informatiques. J'ai découvert la programmation d'entrées-sorties mais aussi une ébauche de programmation parallèle par les minis-programmes envoyés aux instruments effectués simultanément au programme du PC.

Du point de vue du laboratoire, je pense avoir fait gagner du temps au groupe car cette interface était nécessaire. De plus, mes méthodes de programmation différant de celles des physiciens, je pense avoir apporté un peu de sang neuf dans la manière de structurer et de commenter les programmes.

8 Glossaire

Les mots en gras sont eux-mêmes définis dans le glossaire. Les références aux sections et figures sont données en italique.

bus GPIB - IEEE Bus de communication rapide (jusqu'à 1,5Mo/s) externe. Tous les outils (PC, **controleur platine**, **lock-in**, etc) sont montés en parallèle. *Voir aussi 6.3.1*

chopper (ou hacheur mécanique) Simple roue percée à espacements réguliers, et tournant à vitesse constante grâce à un contrôleur spécifique permettant de "couper" le faisceau Laser à une fréquence donnée. Il réalise une modulation du signal optique en créneaux. Son contrôleur est relié au **lock-in**. *Voir aussi* FIG. 1

CNRS Centre National de la Recherche Scientifique.

diode photosensible Composant électronique émettant un courant dépendant de son exposition à la lumière. Dans notre montage, le courant est converti en tension par un pré-amplificateur et ultérieurement amplifié par le **lock-in**. *Voir aussi* FIG. 1

femtoseconde $1fs = 10^{-15}$ secondes. S'utilise aussi comme adjectif qualifiant un événement dont la durée est de cet ordre.

GONLO Groupe d'Optique Non-Linéaire et d'Optoélectronique. L'un des 5 groupes de recherche de l'**IPCMS**

GPIB Voir **bus GPIB**.

hacheur mécanique voir **chopper**

IEEE Institute of Electrical & Electronical Engineers.

IGOR Pro Logiciel de traitement de données et d'interfaçage graphique développé par WaveMetrics. *Voir aussi 6.1.1*

IPCMS Institut de Physique et de Chimie des Matériaux de Strasbourg. UMR 7504 du **CNRS**.

lame semi-réfléchissante Il s'agit d'une lame de verre traitée en surface de manière à réfléchir une partie d'un faisceau lumineux à la manière d'un miroir, et à en transmettre l'autre comme une vitre.

lock-in Appareil de détection synchrone très précis. Pour effectuer une acquisition, il doit recevoir un signal d'entrée préalablement modulé (en créneaux) par le **chopper**. *Voir aussi 6.3.2 &* FIG. 1

microscope confocal Dispositif d'agrandissement d'image (microscope) muni d'un trou très fin (**pinhole**) qui permet une très grande résolution spatiale sur les 3 axes. *Voir aussi 3.2*

nanométrique $1nm = 10^{-9}$ mètres. Adjectif qualifiant un objet/mouvement dont la dimension est de cet ordre. A titre indicatif, le rayon moyen d'un atome est de 0.1nm.

pinhole Trou très fin (de l'ordre de 20μm) permettant la grande résolution spatiale du **microscope confocal**. *Voir aussi* FIG. 1

platine piézo-électrique Outil de déplacement très fin, basé sur des céramiques piézo-électriques, dont la dimension varie en fonction de la tension imposée à leurs bornes (et réciproquement). *Voir aussi* FIG. 1 & 2

sémaphore Dans notre cas, c'est un petit "drapeau" contrôlé par le **lock-in** qui permet de couper à distance le faisceau Laser. *Voir aussi* FIG. 1 ET 2

TWAIN Standard lancé par un groupe d'industriels (Adobe, Digimarc, Eastman Kodak Company, Fujitsu Computer Products of America, J.F.L. Peripheral Solutions Inc., Ricoh Corporation, Xerox) afin de réguler les communications entre le matériel d'acquisition d'images et les logiciels de traitement. *Voir aussi 6.2.1*

XOP eXternal OPeration. Petit morceau de code externe à **IGOR** pouvant être programmé dans n'importe quel langage, moyennant un fichier de ressources afin de préciser le nom et les paramètres des fonctions présentes et de fait utilisables au sein d'IGOR. *Voir aussi 6.1.1 & 6.2.1*

9 Annexes

9.1 Codes sources

Version sans sources pour Pascal.

9.1.1 primitives.ipf

Les primitives d'accès à la platine et au lock-in.

9.1.2 calibrage.ipf

Barre de calibrage du lock-in.

9.1.3 CCDaquire.ipf

Acquisition d'une image par CCD.

9.1.4 scan.ipf

Les fonctions de scan.

9.1.5 windows.ipf

Le fichier principal.

9.1.6 menu.ipf

Un simple menu qui apparaît automatiquement dans la barre d'outils du logiciel IGOR Pro.

9.2 Scans de tests

9.2.1 Plots magnétiques

Matrice de plots magnétiques de 2μm de diamètre chacun, distants de 7μm les uns des autres. (Fig. 8 & 9)

9.2.2 Bulle de colle

Bulle de colle dans une grille de cuivre de 80μm de côté utilisée pour isoler des nano-particules. On constate ici le résultat confocal : la bulle n'est pas dans le plan de la grille et on peut donc les dissocier (Fig. 11 & 12), effet tri-dimensionel que l'image vidéo ne rend pas.(Fig. 10)

9.2.3 Nanofil de nickel

Ce nanofil mesure une dizaine de nanomètres de large (Fig. 13). Il apparaît beaucoup plus épais à cause de phénomènes d'interférences.

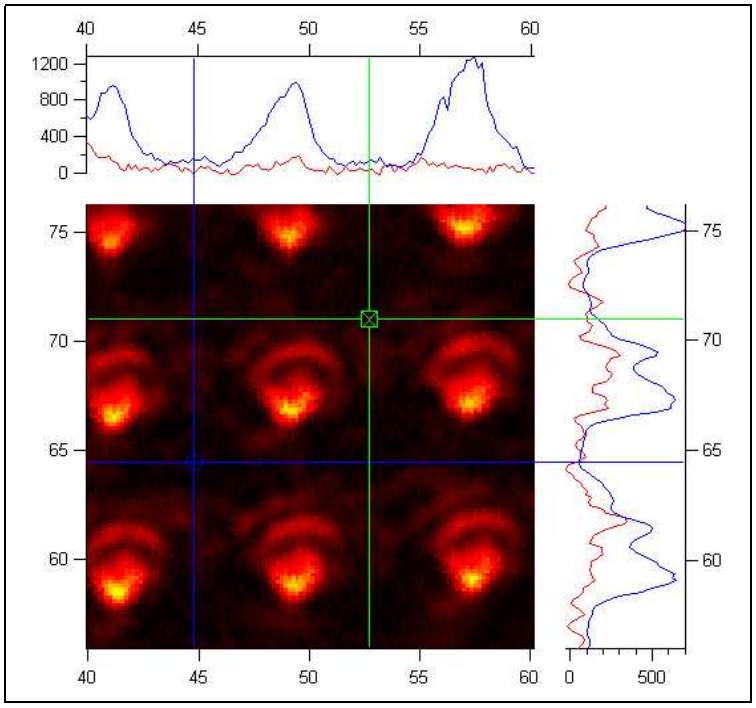

FIG. 8 – 9 plots magnétiques

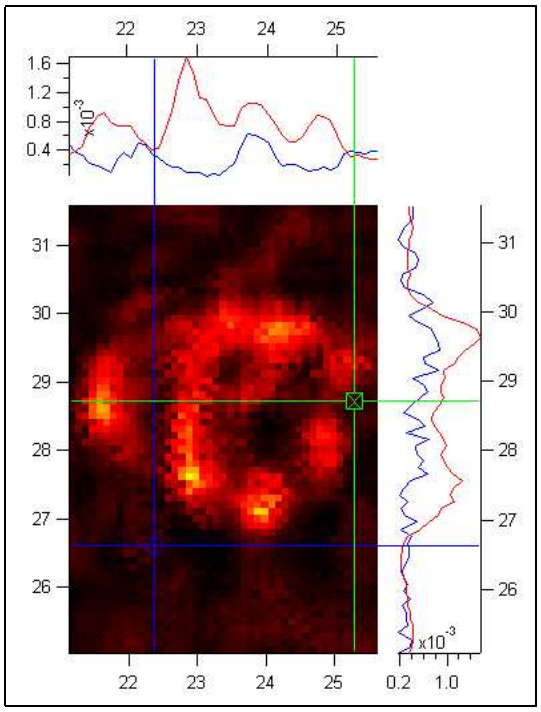

FIG. 9 – Les irrégularités d'un plot magnétique

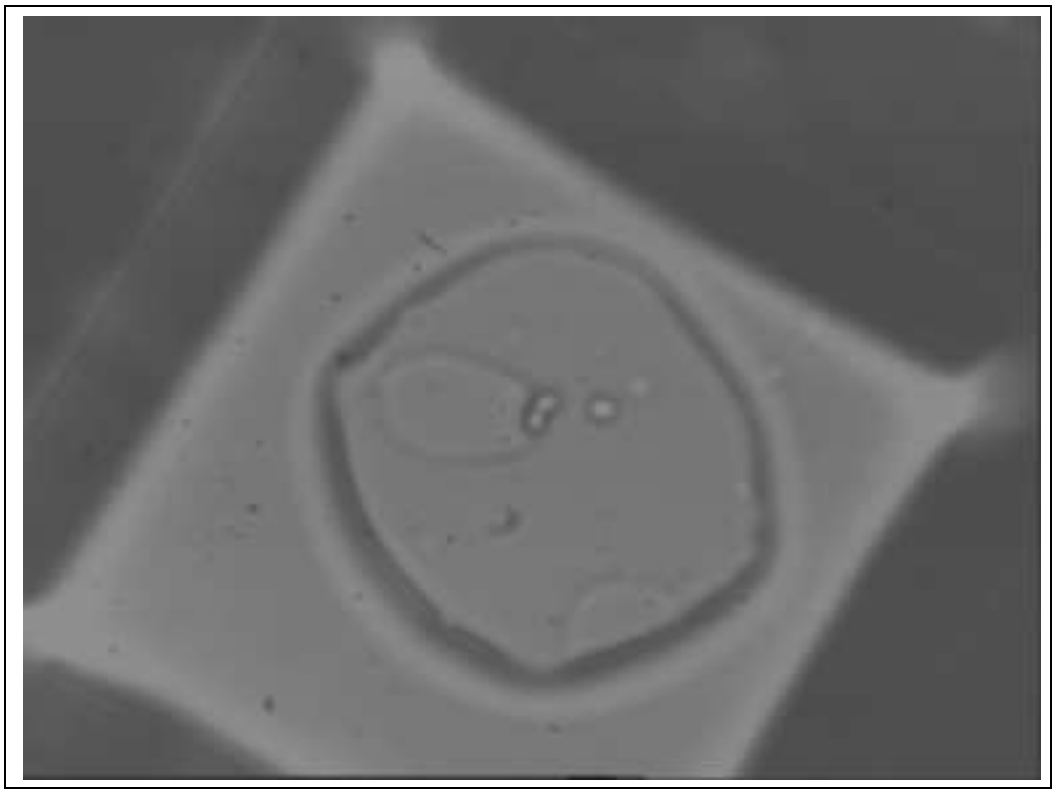

FIG. 10 – La bulle observée par la caméra CCD

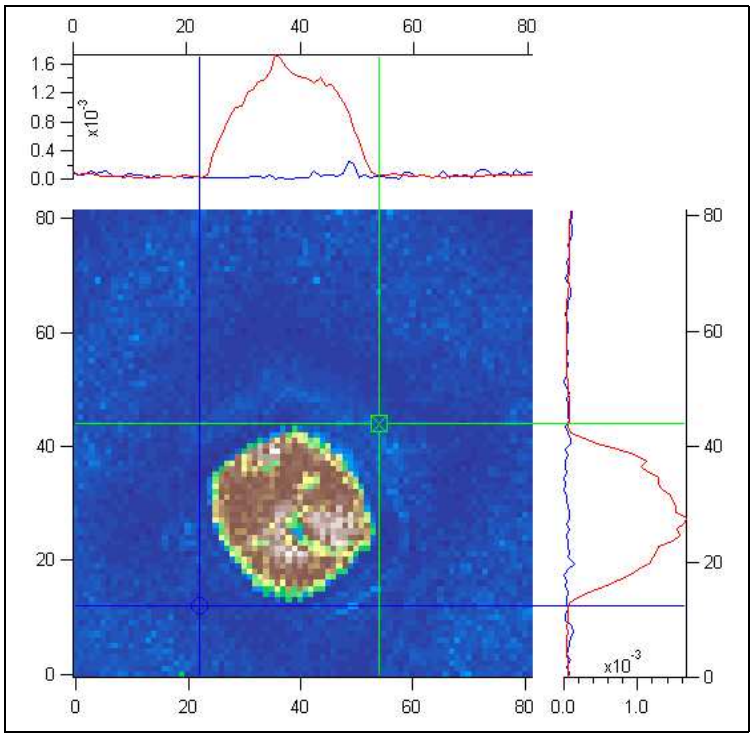

FIG. 11 – La bulle dans son plan

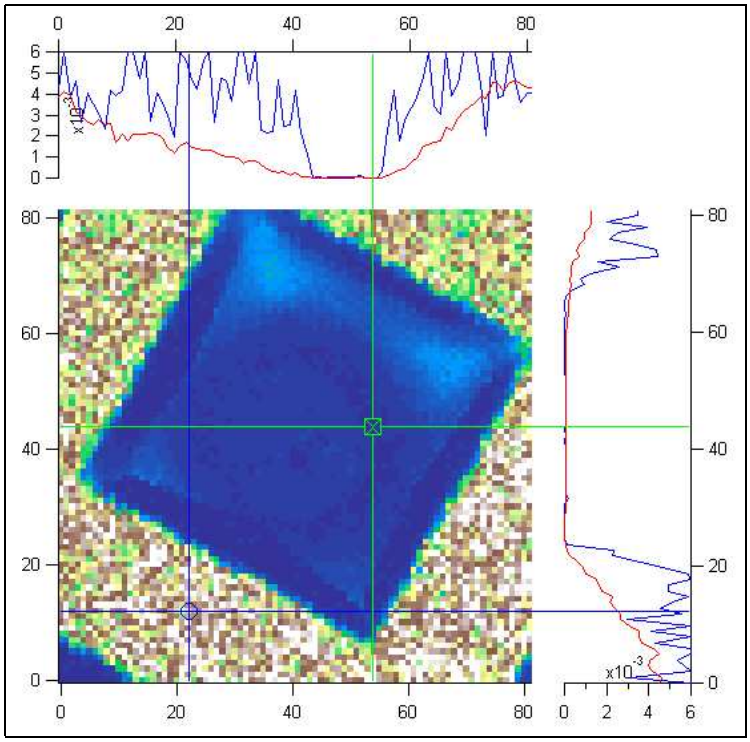

FIG. 12 – La bulle n'apparait pas dans le plan de la grille

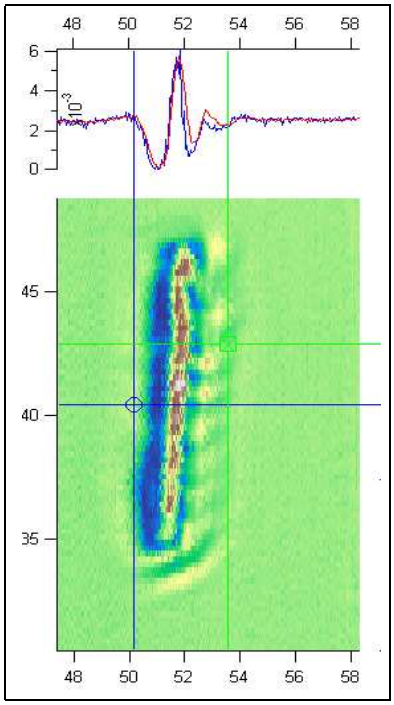

FIG. 13 – Nanofil de nickel

9.3 Photographie du microscope

On distingue sur cette photo :

1. l'arrivée de **la source Laser**
2. **la platine de translation nanométrique** (marquée PI)
3. l'entrée de **l'objectif** (sous la platine)
4. **la caméra CCD** (sous le bâti)
5. **le pinhole** muni des 2 vis de règlage
6. **la photodiode**
7. **l'écran** de test de la caméra CCD

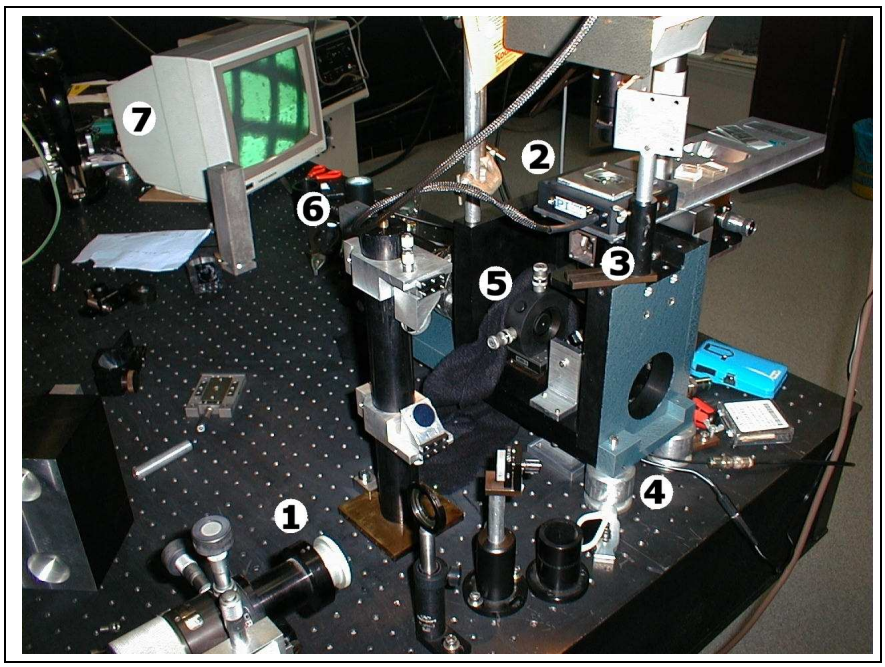

FIG. 14 – Le microscope

9.4 Mode d'emploi et de maintenance

A la page suivante.